日本工業規格　　JIS K 5909-1994

セラック

Shellac

1. 適用範囲　この規格は，ラック貝がら虫の分泌物を精製して得たセラックについて規定する。

備考1.　この規格の引用規格を，**付表1**に示す。

2.　この規格の対応国際規格を，**付表 2** に示す。

2. 種類　次の 4 種類とする。

1 種　ワックスを除かないもの。

2 種　ワックスを除かないで精製度を高くしたもの。

3 種　ワックスを除いたもの。

4 種　ワックスを除き脱色したもの。

3. 品質　品質は **6.**によって試験したとき，**表 1** のとおりとする。

表 1　品質

項目	種類			
	1 種	2 種	3 種	4 種
外観	見本品([1])と差異がないこと。			
揮発分　%	2.0 以下			
水可溶分	0.5 以下			
温アルコール不溶分　%	1.5 以下	0.6 以下	0.3 以下	0.2 以下
ロジン	認めないこと。			
灰分　%	1.0 以下	0.3 以下		
ワックス分　%	5.5 以下		0.2 以下	
流動度	当事者間の協定による。			
熱硬化時間　秒	90 以上			
酸価	65～80			
ひ素（As として）　%	0.000 38 以下			
重金属（Pb として）　%	0.001 以下			

注([1])　当事者間の合意によってあらかじめ決めたもの，又はあらかじめ製造業者が一定の品質水準を示すものとして設定又は登録したもので，品質水準は試料品質の中心的（平均的）水準を示すもの。

4. 一般事項　試験において共通する一般事項は，**JIS K 0050** 及び **JIS K 8001** による。

5. 試料採取方法及び調製方法

(1) 要旨　試料はロットを代表するように採取し，採取した試料の量が多い場合は必要な量まで縮分し，

必要な粒度まで粉砕する。

(2) 器具 器具は，次のとおりとする。

(a) ふるい **JIS Z 8801** に規定する網ふるい 710μm 及び 355μm。

(b) はかり 化学はかり又は電子はかり。

(3) 操作 操作は，次のとおり行う。

(3.1) 試料採取

(a) セラックの 1 ロットの容器個数のうち，その 10%以上をランダムに抜き取る。

(b) そのそれぞれから 200g 以上を採取する。

(c) 全試料を十分に混合し，平板上に円すい形に積み上げる。

(d) **(c)**の円すいを平らにし，場所を変えて**(c)**の操作を 1～2 回繰り返す。

(e) 円すいを頂点から垂直に押し下げるように平らにし，これを扇形に 4 等分する。

(f) 対角のものを一対取り，他を除く。

(g) **(d)～(f)**を繰り返して約 150g とし，これを適切な容器に入れ密閉して保存する。

(3.2) 試料の調製

(a) 試料をよく混合して約 100g を取り，これを網ふるい 710μm を全通するまで粉砕し，容器に入れて密閉し，試験に供する。

この試料は，**6.1(4)(b)**，**6.2**，**6.3**，**6.4**，**6.5**，**6.6**，**6.7**，**6.10**，**6.11** 及び **6.12** に用いる。

また，**6.8** 及び **6.9** については，さらに粉砕して網ふるい 355μm を全通したものを用いる。

6. 試験方法

6.1 外観

(1) 要旨 外観は，試料及び見本品の色，形状，エタノール溶液を目視によって比較する。

(2) 試薬 試薬は，次のとおりとする。

(a) エタノール (95) **JIS K 8102** に規定するもの。

(3) 器具 器具は，次のとおりとする。

(a) 試験管 **JIS R 3503** に規定する外径 15mm，長さ 150mm のもの。

(b) 白紙 白い紙で縦約 250mm，横約 180mm のもの。

(4) 操作 操作は，次のとおり行う。

(a) **5.(3)(3.1)**で採取した試料約 2g を，白紙上で見本品(1)と接するように並べ，色及び形状を拡散昼光のもとで比較する。

(b) 試料と見本品(1)をそれぞれ 3.0g 量り取り試験管に入れ，これにエタノール (95) 6.0g を加え常温で溶かす。

これを接するように並べ，拡散昼光のもとで白紙を背景として側面から透視して比べる。

(5) 判定 色に差異がないとき“見本品と差異がない”とする。

6.2 揮発分

(1) 要旨 揮発分は試料の質量と低温加熱及びシリカゲルによる乾燥後の質量との差から求める。

(2) 装置及び器具 装置及び器具は，次のとおりとする。

(a) ふた付平底皿 外径約 75mm。

(b) 乾燥器 40±2℃に調節できるもの。

(c) デシケーター 乾燥剤としてシリカゲルを入れたもの。

(d) はかり 5.(2)(b)による。

(3) 操作 操作は，次のとおり行う。

(a) 試料 約 2g を 0.001g のけたまでふた付平底皿に量り取る。

(b) ふた付平底皿のふたを取って試料を均一に拡げ 40±2℃の乾燥器中に 4 時間保ち，デシケーター中で 15 時間放置した後，ふたをして質量を 0.001g のけたまで量る。

(4) 計算 揮発分は，次の式によって算出する。

$$V=\frac{m_0-m_1}{m_0}\times 100$$

ここに，
V： 揮発分 (%)
m_0： 乾燥前の試料の質量 (g)
m_1： 乾燥後の試料の質量 (g)

6.3 水可溶分

(1) 要旨 水可溶分は，試料を水に浸した後，ろ過してろ液に溶出した無機塩，有機物などの質量から求める。

(2) 装置及び器具 装置及び器具は，次のとおりとする。

(a) 乾燥器 105～110℃に調節できるもの。

(b) デシケーター 6.2(2)(c)による。

(c) ろ紙 JIS P 3801 に規定する 5 種 C で直径 125mm のもの。

(3) 操作 操作は，次のとおり行う。

(a) 試料約 10g を 0.01g のけたまで適宜の全量フラスコ又はビーカーに量り取る。

(b) 蒸留水 100ml を加えて十分にかき混ぜる。

(c) 時計皿でふたをして室温に 4 時間置き，その間ときどきかき混ぜる。

(d) これをろ紙を通して質量既知のビーカーに移し入れ，セラック及びろ紙を蒸留水 50ml で洗浄して洗液をろ液に加える。

(e) ろ液を水浴上で蒸発乾固する。

(f) 105～110℃の乾燥器中で 1 時間乾燥する。

(g) 乾燥後デシケーターの中で 30 分間放冷し，質量を量る。

(h) 質量の差が 0.002g 以下になるまで**(f)～(g)**を繰り返し，蒸発乾固物の質量を 0.001g のけたまで求め，その最小値を測定値とする。

(4) 計算 水可溶分は，次の式によって算出する。

$$W_S=\frac{m_1}{m_0}\times 100$$

ここに，
W_S： 水可溶分 (%)
m_1： 蒸発乾固物の質量 (g)
m_0： 試料の質量 (g)

6.4 温アルコール不溶分

(1) 要旨 温アルコール不溶分は，試料の温エタノール抽出乾固物の質量から求める。

(2) 試薬 試薬は，次のとおりとする。

(a) エタノール (95) JIS K 8102 に規定するもの。

(3) 装置及び器具 装置及び器具は，次のとおりとする。

(a) ろ過器 形状及び寸法の一例を**図 1** に示す。

(b) **水浴** 銅又はステンレス製で幅 100mm とし，形状及び寸法の一例を**図 2** に示す。

(c) **抽出装置** コンデンサー，サイホンカップ，三角フラスコから構成し，形状と寸法の一例を**図 3** に示す。抽出装置は次のように組み立てる。

コンデンサーの下管にコルク栓を取り付け，下管の先をサイホンカップの上部に差し込み，それらに設けたあなに真直な針金を 1 本通して連結する。

三角フラスコは，その中にサイホンカップをつるす形でコンデンサーの下管にコルク栓で取り付ける。

(d) **はかり瓶** ガラス栓付，直径約 40mm，高さ約 80mm のもの。

(e) **円筒ろ紙** 外径約 25mm，高さ 55mm のもので，あらかじめ次に示す方法でアルコール可溶分を抽出したもの。

新しい円筒ろ紙を空のまま**(c)**の装置のサイホンカップに入れ三角フラスコには沸騰石数個を入れエタノール(95)を用いて 30 サイクル(²)抽出した後，はかり瓶に入れ，105～110℃で前後の差が 0.002g 以下になるまで乾燥，放冷，ひょう量を繰り返す。

注(²) (4)(d)の**注(³)**参照。

この円筒ろ紙の空抽出も本操作と同じ条件の抽出を行う。

(f) **デシケーター** **6.2(2)(c)**による。

(g) **乾燥器** **6.3(2)(a)**による。

(h) **はかり** **5.(2)(b)**による。

図 1 ろ過器

材質 硬質ガラス

単位 mm

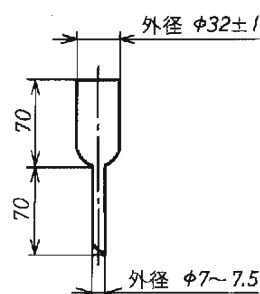



図 2 水浴

単位 mm

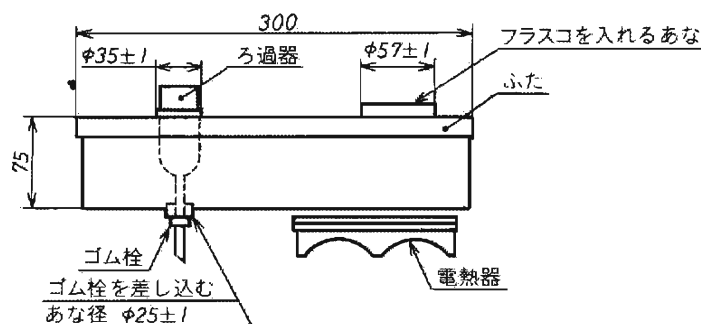
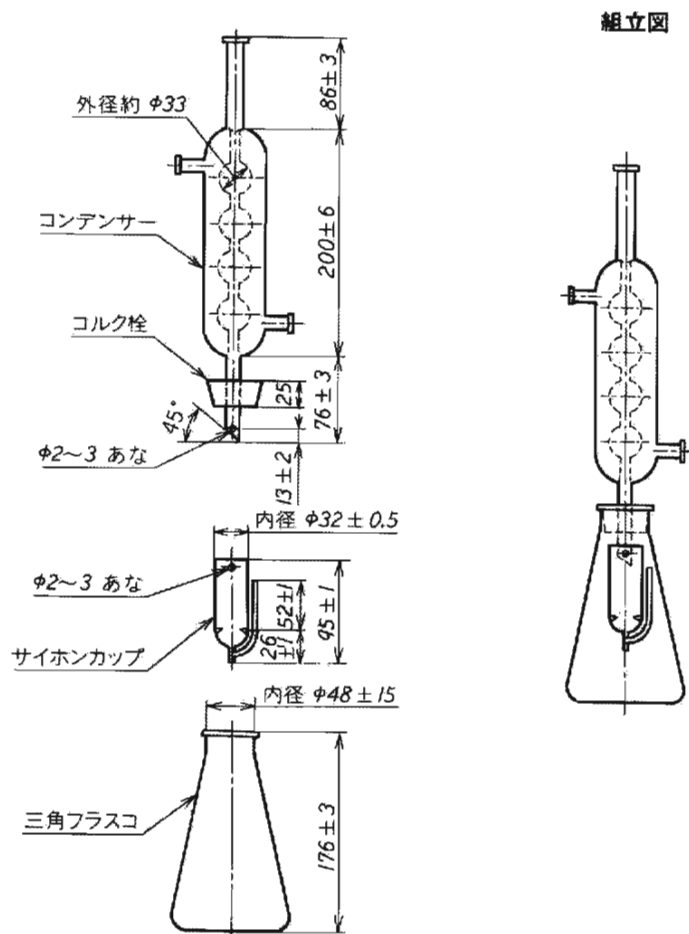



図 3　抽出装置

単位 mm

(4) 操作　操作は，次のとおり行う。

(a) 試料　約 5g を 0.01g のけたまでビーカー100ml に量り取る。

(b) エタノール (95) 75ml を加え，時計皿で覆い，水浴上で沸騰させて試料を溶かし，30 分間沸点近くの温度に保つ。

(c) ろ過器に円筒ろ紙を入れ，沸騰したエタノール (95) で潤す。

円筒ろ紙の中に試料溶液を温度が下がらないように，速やかに移し入れろ過する。沸騰したエタノール (95) 75ml を用いてビーカー中の残分を円筒ろ紙に洗い移す。

(d) 抽出装置のサイホンカップにろ過器中の円筒ろ紙を移し，沸騰石を数個入れた三角フラスコに，エタノール (95) 約 130ml を入れて加熱し沸騰させ，30 サイクル(3)抽出する。

(e) 抽出を終わった円筒ろ紙をはかり瓶に入れ，105〜110℃に保った乾燥器に入れて 2 時間以上乾燥する。

(f) 乾燥後デシケーターの中で 30 分間放冷し，質量を量る。

(g) 再び 105〜110℃に保った乾燥器に入れて約 1 時間乾燥し，デシケーターの中で 30 分間放冷した後，質量を量る。

(h) 質量の差が 0.002g 以下となるまで**(g)**の操作を繰り返し，乾固物の質量を求め，最小値を測定値とする。

注(3) 抽出効果は時間でなく，サイクル数で規定するのがより適切である。

従来の方法は“少なくとも 2 時間”との規定となっていた。これは実際，抽出に約 4 分／サイクル必要であるので，2 時間で 30 サイクルになる。“30 サイクル以上”（2 時間以上）とすると抽出効果が一定にならないので“30 サイクル”とした。

(5) 計算 温アルコール不溶分は，次の式によって算出する。

$$H=\frac{m_1}{m_0}\times 100$$

ここに，　H： 温アルコール不溶分 (%)

m_1： 乾固物の質量 (g)

m_0： 試料の質量 (g)

6.5 ロジン

(1) 要旨 擬和物として試料に混入しているロジンをハルフェン・ヒックス反応によって試験する。

(2) 試薬 試薬は，次のとおりとする。

(a) エタノール (95) **6.1(2)(a)**による。

(b) 酢酸 **JIS K 8355** に規定するもの。

(c) 石油エーテル **JIS K 8593** に規定するもの。

(d) フェノール溶液 **JIS K 8798** に規定するフェノールと **JIS K 8322** に規定するクロロホルムとを体積比 1 : 2 に混合する。

(e) 臭素溶液 **JIS K 8529** に規定する臭素と **JIS K 8322** に規定するクロロホルムとを体積比 1 : 4 に混合する。

(3) 器具 器具は，次のとおりとする。

(a) 共栓付三角フラスコ 250ml。

(b) 分液漏斗 200ml。

(c) ろ紙 **JIS P 3801** に規定する 3 種。

(d) 蒸発皿 **JIS R 1302** に規定する丸底形で 170ml。

(e) 水浴 90～100℃に調節できるもの。

(f) 呈色反応板 陶磁器製。

(g) 時計皿 直径 60mm。

(4) 操作 操作は，次のとおり行う。

(a) 試料約 2g を共栓付三角フラスコ 250ml に量り取り，エタノール (95) 10ml 又は，酢酸 10ml を加えて完全に溶けるまで振り混ぜる。

(b) 溶解後絶えず振りながら，徐々に石油エーテル 50ml を加える。

(c) 石油エーテル添加後絶えず振りながら水 50ml を加え，分液漏斗に移し，振り混ぜた後石油エーテル層が分離するまで静置する。

(d) 水層を流し出し，石油エーテル層を水 50ml で洗浄し，乾燥したろ紙を用いて石油エーテルの抽出液をろ過し，丸底蒸発皿に入れる。

(e) この抽出液を水浴上で蒸発乾固する。

(f) 蒸発乾固物にフェノール溶液 1～2ml を加え，これを呈色反応板のくぼみに一杯まで満たす。

(g) 直ちに隣のくぼみに臭素溶液を注ぎ，時計皿を用いて両方のくぼみを覆う。

(h) このとき臭素溶液の蒸気の作用によるフェノール溶液の呈色反応を調べる。

(5) **判定** この溶液が 30 秒～1 分後に明らかな紫色又は深い藍色を呈しないときを“認めない”とする。

6.6 灰分

(1) **要旨** 灰分は，試料を灰化し，その灰の質量から求める。

(2) **装置及び器具** 装置及び器具は，次のとおりとする。

(a) **るつぼ** **JIS R 1301** に規定する B 形で 30ml 又は **JIS H 6201** に規定する一般用白金るつぼで 30 番。

(b) **電気炉** 500～600℃に調節できるもの。

(c) **ろ紙** **6.3(2)(c)**による。

(d) **デシケーター** **6.2(2)(c)**による。

(e) **はかり** **5.(2)(b)**による。

(3) **操作** 操作は，次のとおり行う。

(a) 試料約 2g を 0.01g のけたまで，質量既知のるつぼに量り取り，初めは弱く加熱し，徐々に温度を上げて電気炉を用いて 500～600℃で強熱して炭化物が残らなくなるまで加熱する。

(b) 炭化物が残った場合は，大量の温水で抽出後ろ紙を用いてろ過し，ろ紙の上に不溶解残さ（渣）を集めて洗った後，そのろ紙をるつぼに移して炭化物がなくなるまで電気炉を用いて強熱する。

ろ液と洗液をるつぼに加えて蒸発乾固した後，電気炉を用いて 500～600℃で強熱する。

(c) 加熱後デシケーター中で 30 分間放冷し，質量を量る。

(d) 質量の差が 0.001g 以下になるまで強熱，放冷，ひょう（秤）量を繰り返し，灰の質量を求め，最小値を測定値とする。

(4) **計算** 灰分は，次の式によって算出する。

$$A=\frac{m_1}{m_0}\times 100$$

ここに，
A： 灰分 (%)
m_1： 灰の質量 (g)
m_0： 試料の質量 (g)

6.7 ワックス分

(1) **要旨** ワックス分は，試料を炭酸ナトリウムの熱溶液に溶かし，その残さのクロロホルム抽出分の質量から求める。

(2) **試薬** 試薬は，次のとおりとする。

(a) **炭酸ナトリウム** **JIS K 8625** に規定するもの。

(b) **クロロホルム** **JIS K 8322** に規定するクロロホルムを再蒸留したもの。

(3) **装置及び器具** 装置及び器具は，次のとおりとする。

(a) **ビーカー** 200ml。

(b) **水浴** **6.5(3)(e)**による。

(c) **ろ紙** **6.3(2)(c)**をあらかじめクロロホルムで脱脂したもの。

(d) **円筒ろ紙** あらかじめ，クロロホルムで脱脂した円筒ろ紙，外径 25～30mm，高さは抽出装置のサイホンの最高部より約 5mm 高いもの。

(e) **連続抽出装置** ソックスレー抽出器又は適宜な連続抽出装置。

(f) **乾燥器** **6.2(2)(b)**及び **6.3(2)(a)**による。

(g) **デシケーター** 6.2(2)(c)による。

(4) **操作** 操作は，次のとおり行う。

(a) 試料約 10g を 0.01g のけたまでビーカーに量り取り，水 150ml に炭酸ナトリウム 2.5g を溶かした溶液を加える。

(b) そのビーカーを水浴中に浸し，かくはんして溶かす。

溶解後時計皿でふたをし，水浴中に 2〜3 時間静置しワックスを分離する。

(c) ビーカーを水浴から出し，冷水で冷却してワックスを固化させてろ紙でろ過する。このとき溶解したセラックがろ紙上に残らないように水で十分に洗う。

(d) このろ紙を漏斗から取り外し，折りたたまずにろ紙の端がビーカーの頂点と同じレベルを保つようにガラス棒に寄りかからせてビーカー中に置き，40±2℃に調節された乾燥器に入れて乾燥させる。

(e) 乾燥したろ紙をビーカーから取り出し，もう 1 枚のろ紙で包み針金でしばり円筒ろ紙の中に入れ，その円筒ろ紙を抽出装置の中に置く。

(f) ビーカー中にクロロホルムを注ぎ，沸騰させて円筒ろ紙に注いで質量既知の抽出フラスコの中に集める。

この操作をビーカーにワックスが残らなくなるまで 2 回以上繰り返す。

(g) 抽出装置を連結して少なくとも 30 サイクル抽出した後抽出フラスコ中のクロロホルムを蒸発し，除去する。

(h) そのフラスコを 105〜110℃の乾燥器で約 1 時間乾燥後，デシケーター中で 30 分間放冷して質量を量る。

(i) 質量の差が 0.002g 以下になるまで(h)の操作を繰り返し，ワックスの質量を求め，最小値を測定値とする。

(5) **計算** ワックス分は，次の式によって算出する。

$$W=\frac{m_1}{m_0}\times 100$$

ここに，　W:　ワックス分 (%)

m_1:　ワックスの質量 (g)

m_0:　試料の質量 (g)

6.8 流動度 流動度の測定は，次のいずれかの方法による。

6.8.1 第 1 法（ウエスチングハウス法）

(1) **要旨** 試料を 125℃で溶融して 60 度の傾斜を定時間に流れた距離で示す。

(2) **装置及び器具** 装置及び器具は，次のとおりとする。

(a) **流動度測定装置** 銅製の長方体の上面に，一辺から 25.4mm 及び側辺から 38.1mm の位置を中心にした直径 25.4mm，深さ 19mm の試料溶融カップと，カップから対辺に向かって溶融試料が流れる溝を設ける。

溝は長さ 127mm 以上，幅 6.4mm，最深部の深さ 12.7mm（溝底の丸みの半径 3.2mm）である。溝に沿って，長さの方向に mm 単位の目盛が付けてある。溝の仕上げ状態は，**JIS B 0601** に規定する表面粗さの仕上記号（三角記号）表示による▽以上とする。

長方体には，溝と平行に温度計の挿入孔があり，温度計の水銀球の中心がカップの端から 6.4mm の位置にあり，温度計が挿入されるようになっている。

長方体の下部は加熱装置によって全体を加熱でき，また，**図 5** に示すように，水平から 60 度に傾

けることができるようになっている。表面はカップ及び溝を覆うため，ガラスのふたができる。

一例を**図 4** に示す。

第 1 法

図 4　流動度測定装置の一例

単位 mm

a（前面図）　b（*A*－*B*）

c（*E*－*F*）　d（*C*－ *D*）

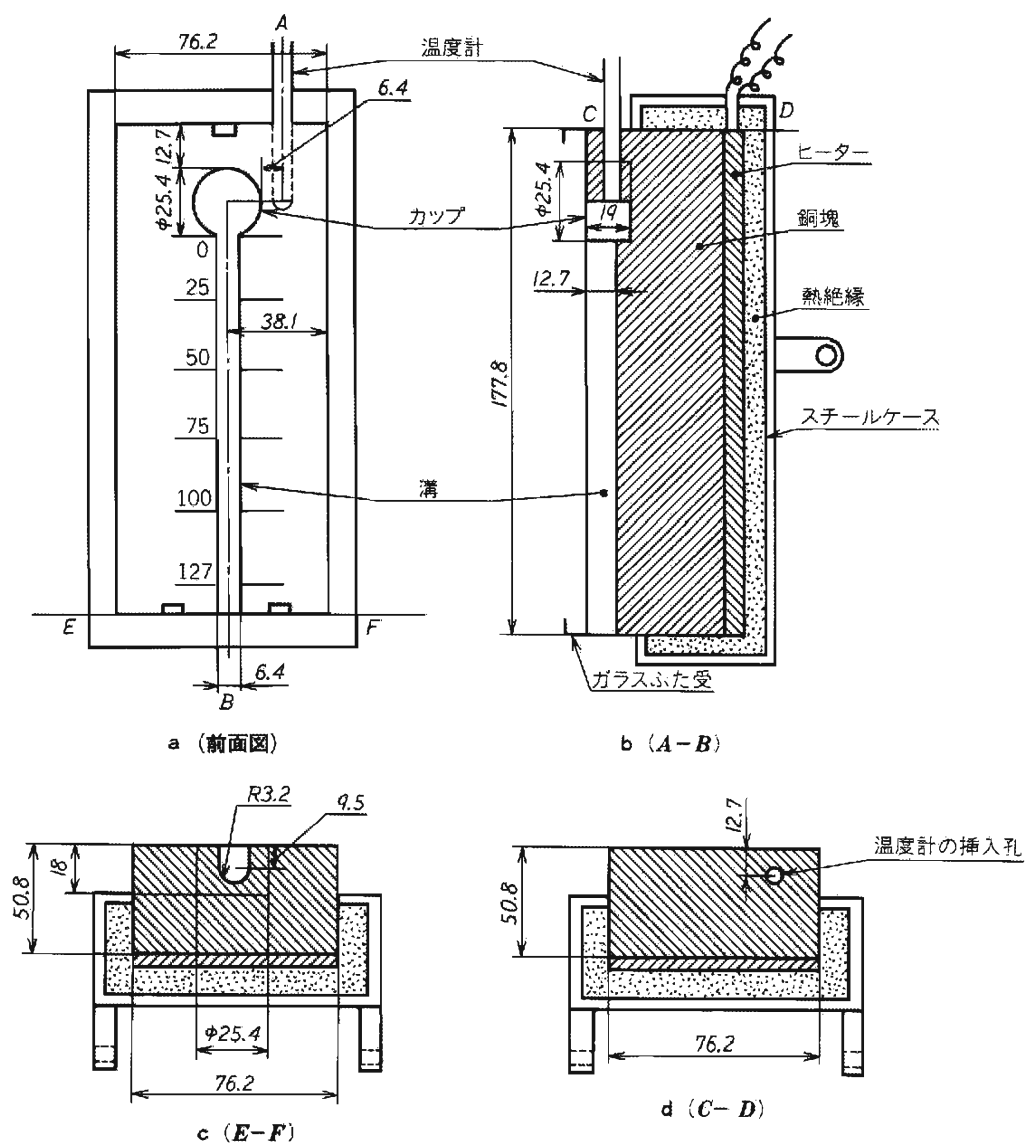
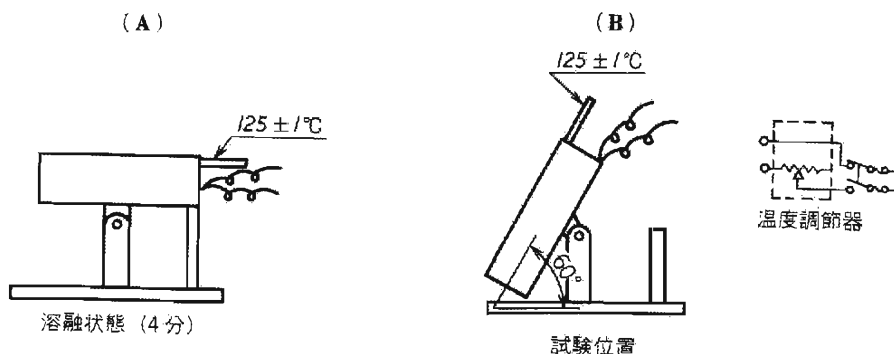



図 5　流動度測定状態図

(b) **デシケーター　6.2(2)(c)**による。

(c) **温度調節器**　0〜120 ボルトの間で任意の電圧に調節できるもの。

(d) **温度計**　浸没線付ガラス製棒状水銀温度計で，**表 2** に示すもの。

表 2　流動度測定用温度計（第 1 法）

温度の範囲	0〜200℃とし 0.5℃ごとの目盛が付いていること。
全長	290〜310mm
ガラス管の径	6〜7mm
水銀球	長さ 10〜15mm
	直径は幹の直径より大きくないこと。
浸没	30mm
水銀球の下端から 0℃までの距離	110〜120mm
幹頂上から 200℃までの距離	20〜30mm
目盛の許容誤差	±0.5℃

(3) **操作**　操作は，次のとおり行う。

(a) 試料は，試験前に 48 時間以上デシケーター中で乾燥し，試験の直前に取り出す。

(b) 流動度測定装置（**図 4**）を水平に置き［**図 5(A)**］，125±1℃に調節する。

(c) 試料 2.00g を量り取り，装置の試料溶融カップ内に入れガラスのふたをする。

(d) 2 分間後に中心部の未溶融試料をガラス棒で押し下げて完全に溶融させる。その間，ガラスのふたを速やかに開閉する。

(e) 4 分後に流動度測定装置を 60 度に傾け［**図 5(B)**］，溶融した試料が 1 分間，2 分間，3 分間に，溝中を流れた距離をそれぞれ測定する。

(f) この操作を 3 回繰返して行い，1 分間，2 分間，3 分間後のそれぞれの数値の最大・最小の差が 5mm 以内のときは，その平均値を取りこれを流動度とする。それ以上の差を生じた場合は，再試験を行う。

6.8.2　第 2 法 A（ISO 法 A）

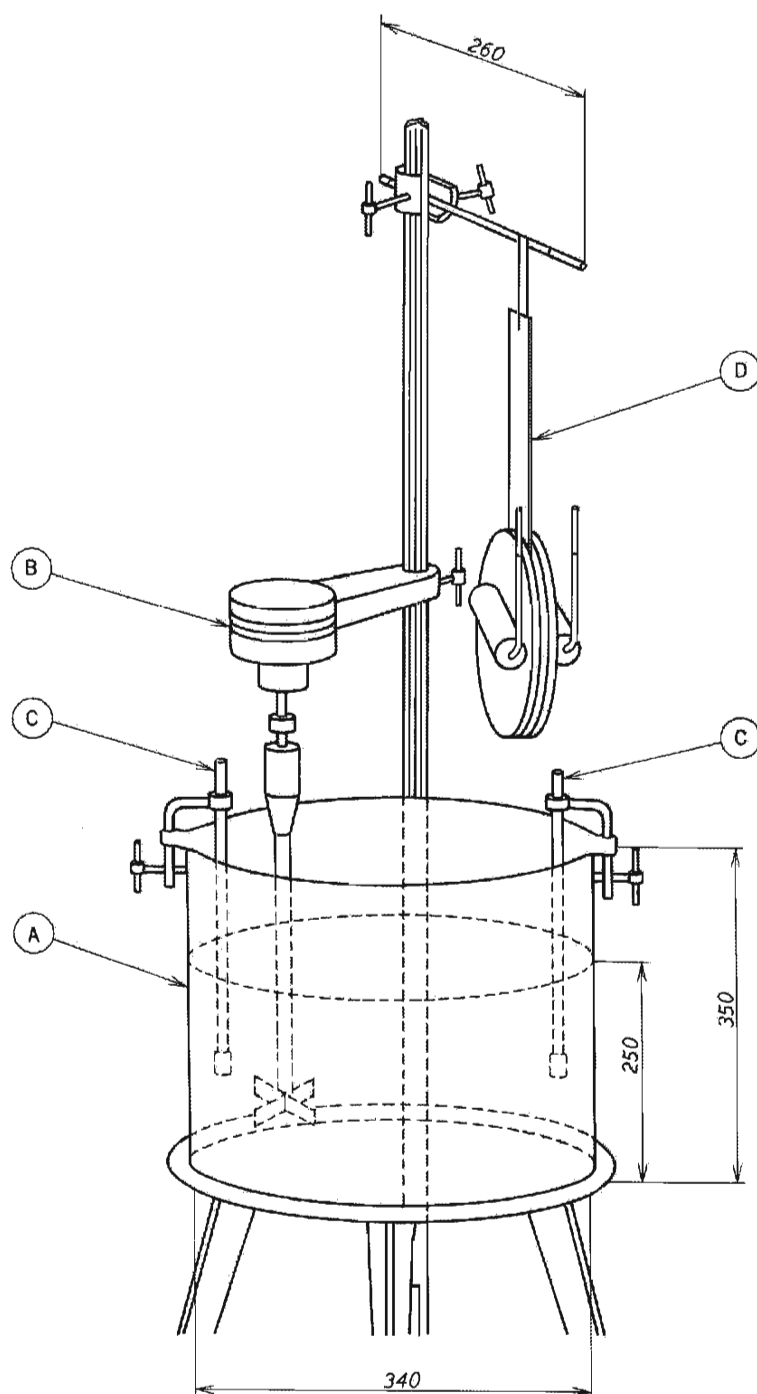
(1) **要旨**　流動度は，試験管内の試料を 100℃で溶融後，試験管を 15 度に傾斜し，10mm 流れるごとの時間で示す。

(2) **装置及び器具**　装置及び器具は，次のとおりとする。

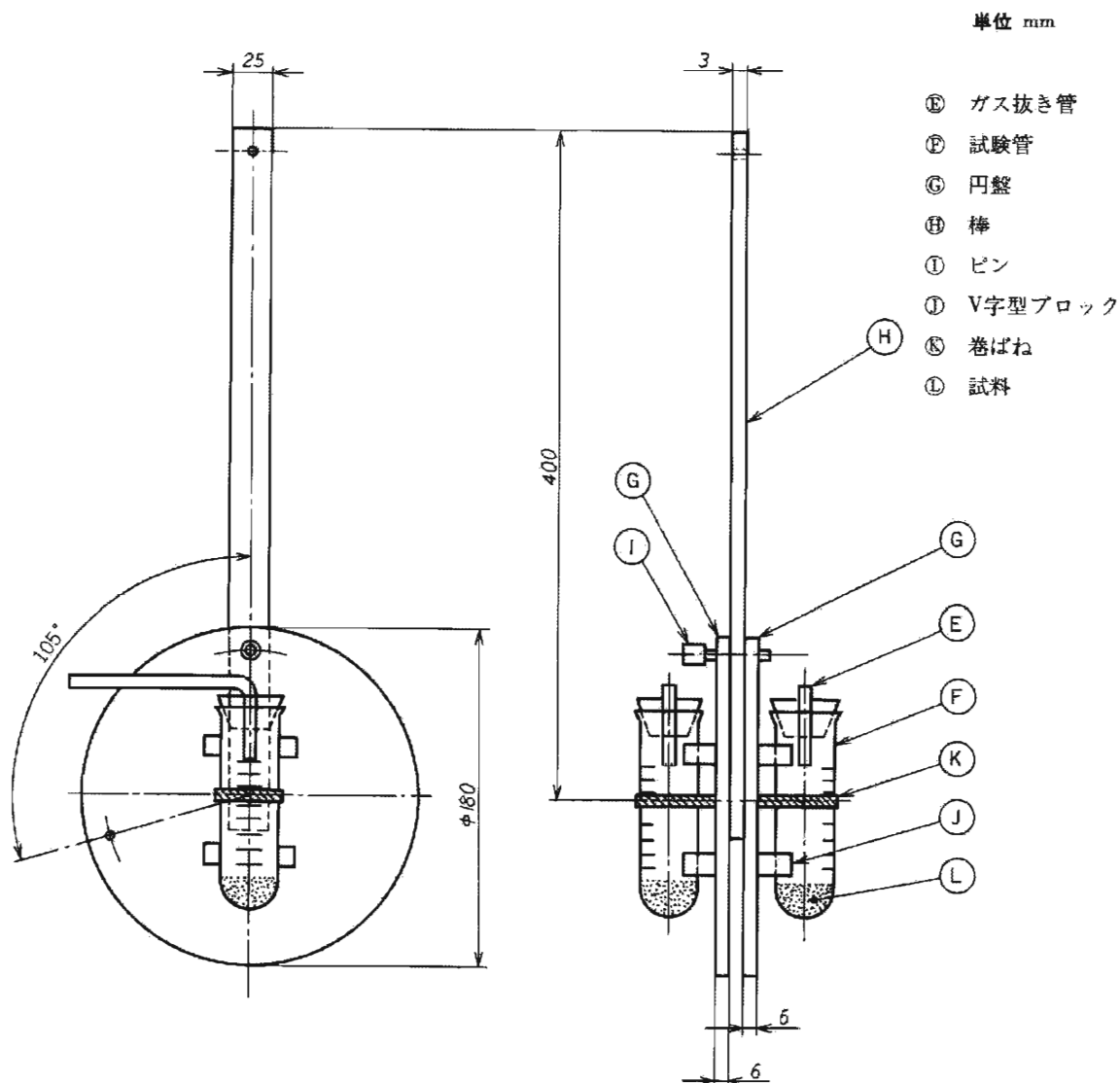
(a) **流動度測定装置**　一例を**図 6** 及び**図 7** に示す。

第 2 法

図 6　流動度測定装置の一例

単位 mm

Ⓐ 油浴
Ⓑ かくはん装置
Ⓒ 温度計
Ⓓ 試験管固定装置

第 2 法

図 7 試験管固定装置の一例

(b) 油浴 油を入れる容器はガラス製で，グリセリン又は粘度約 31mm²/s の清浄な油などの熱媒で満たされていて投込みヒーターで加熱され，100±1℃に保持できるもの。

(c) かくはん装置 油浴の温度を均一に保持できるもの。

(d) 温度計 **JIS B 7413** に規定する 200 度温度計。

(e) 試験管 長さ 130mm，外径 25mm，肉厚 1.5mm の耐熱ガラス製。

外側に赤色の目盛が付けてあり，**図 7** に示すように小さなガス抜き管を取り付けたコルク栓でふたをしたもの。

目盛は試験管の底から 10mm の位置より上部へ 100mm まで，5mm 間隔で付けてあり，10mm ごとに数字を記したもの。

(f) 試験管固定装置 試験管を正しい位置に保つためのもので，**図 7** に示すように 2 枚の真ちゅう製の

円盤が棒に取り付けられて回転できるようになっており，円盤の所定の位置に穴がありピンで固定する。試験管は円盤に付いているV字型ブロックに巻ばねで固定する。

(g) デシケーター 硫酸水素ナトリウムの過飽和溶液が入っているもの。

(3) 操作 操作は，次のとおり行う。

(a) 試料は，底の浅い器に広げてデシケーターに入れ室温で少なくとも24時間放置し，試験の直前に取り出す。

(b) その試料を2本の試験管に壁面につかないように，それぞれ2.00gづつ量り取り，直立させて試料の上面を水平にし，その位置を目盛 (mm) で読み取る。この試験管を固定装置に垂直に固定させる（**図7**)。

(c) 固定装置を垂直にして，100±1℃の油浴中に入れ3分間保った後，素早く試験管を105度回転させ，コルク栓の方を下にして水平から15度傾けて，溶融した試料を流動させる。ガス抜き管の先端は油浴の上面から出しておく。

(d) 100±1℃の油浴中で，それぞれの試験管中の溶融した試料が最初の位置から10mm流れるごとに，経過した時間を記録して平均値をとって流動度とする。

(e) この流れが90mmに達したとき又は20分間経過したとき試験を中止する。

6.8.3 第2法B（ISO法B）

(1) 要旨 流動度は，試験管内の試料を100℃で溶融後，試験管を15度に傾斜し，12分間に流れた距離で示す。

(2) 装置及び器具 装置及び器具は，次のとおりとする。

(a) 流動度測定装置 6.8.2(2)(a)による。

(b) 油浴 油を入れる容器は，金属製その他のものでもよい。

グリセリン又は粘度約31mm²/sの清浄な油などの熱媒で満たされていて投込みヒーターなどで加熱され，100±1℃に保持できるもの。

(c) 温度計 6.8.2(2)(d)による。

(d) 試験管 長さ125mm，外径25mmの耐熱ガラス製で，小さなガス抜き用ガラス管を取り付けたコルク栓をしたもの。

(e) 試験管固定装置 6.8.2(2)(f)による。

(f) デシケーター 6.8.2(2)(g)による。

(3) 操作 操作は，次のとおり行う。

(a) 試料は，底の浅い器に広げてデシケーターに入れ室温で少なくとも24時間放置し，試験の直前に取り出す。

(b) その試料を2本の試験管に壁面につかないようにそれぞれ2.00gづつ量り取り，直立させて試料の上面を水平にし，その位置をmmの単位で測る。この試験管を固定装置に垂直に固定させる。

(c) 固定装置を垂直にして，100±1℃の油浴中に入れ3分間保った後，素早く試験管を105度回転させ，コルク栓の方を下にして水平から15度傾け，溶融した試料を流動させる。ガス抜き管の先端は油浴の上面から出しておく。

(d) 100±1℃の油浴中で，試験管をこの位置のまま正確に12分間保った後，油浴から取り出して垂直の位置に戻し，冷却して油をふき取り，各試験管中の溶融した試料が最初の位置から流動した先端までの距離を測定し，その距離を流動度とする。二つの測定値の平均値を取る。ただし，羽根(4)の部分は無視する。

注[4] 羽根とは溶融，流動したセラックの先端周辺から同じく溶融，流動したワックス（セラック中に含まれている。）が分離はみだしてできたもので，セラックの主要部分から区別することができ，異なった色をしている。

6.9 熱硬化時間

(1) 要旨 熱硬化時間は，試料を熱板上で熱して，ゴム状になるまでの時間で示す。

(2) 装置及び器具 装置及び器具は，次のとおりとする。

(a) 熱硬化時間測定器 黄銅製の熱板の上面に，一辺から 50mm の位置を中心にして直径 21mm，深さ 2mm，底の直径 17mm の凹部を設け，熱板の表面から 10mm の深さのところを中心にして，一辺から直角に温度計の挿入孔があり，水銀球の中心が凹部の中心の直下にくるようになっている。熱板の下部は加熱装置によって全体を加熱できる。

一例を**図 8** に示す。

(b) 熱硬化時間測定用針 柄に炭素鋼製の針を挿入したもので針部分の長さは 50mm，直径 1.0mm で，先端部分は例**図 9** のように徐々に細くなっている。

(c) 温度計 浸没線付ガラス製棒状水銀温度計で，その構造及び性能は**表 3** に示す。

(d) 温度調節器 0〜120 ボルトの間で任意の電圧に調節できるもの。

(e) ストップウォッチ 0.5 秒まで測定できるもの。

(3) 操作 操作は，次のとおり行う。

(a) 試料 0.05g を 0.001g のけたまで量り取り，170±1℃に加熱した熱板上（**図 8**）の凹部に置き，直ちにストップウォッチをスタートさせ，速やかに凹部に均一に拡げて溶融させる。

(b) 針（**図 9**）を水平から約 30 度の角度に保ち，針先で毎分 60±5 回の速度でかき混ぜ，溶融した試料の粘度が高くなったとき，針先を約 1 秒間に 1 回，約 1cm 持ち上げ，溶融した試料が糸状についてくるのを確認する。

(c) 硬化が進み，針先に糸状について上がらなくなったときにストップウォッチを止める。この時間を熱硬化時間とする。

図 8 熱硬化時間測定器の一例

単位 mm

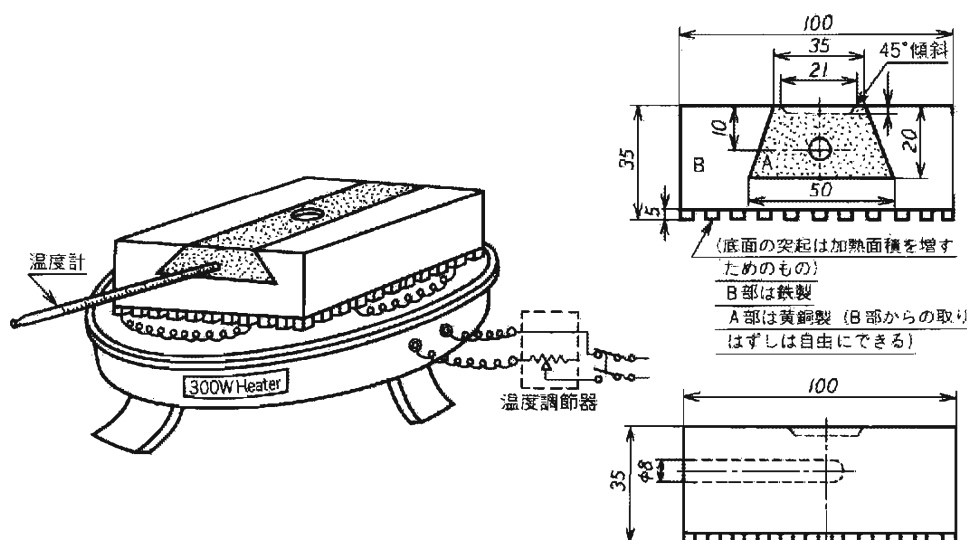



図 9　熱硬化時間測定用針の一例

単位 mm

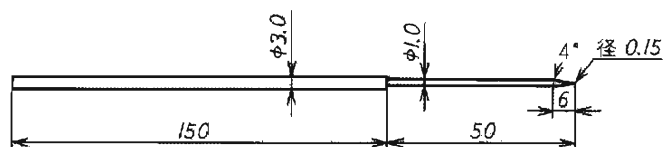



表 3　熱硬化時間測定用温度計

温度の範囲	0～200℃とし 0.5℃ごとの目盛が付いていること。
全長	260～280mm
ガラス管の径	6～7mm
水銀球	長さ 10～15mm
	直径は幹の直径より大きくないこと。
浸没	55mm
水銀球の下端から 0℃までの距離	80～90mm
幹頂上から 200℃までの距離	20～30mm
目盛の許容誤差	±0.5℃

6.10　酸価

(1) 要旨　酸価は，試料のアルコール溶液を水酸化カリウムエタノール溶液で滴定し，試料 1g 中の酸分を中和するのに要した水酸化カリウムの mg 数で示す。

(2) 試薬　試薬は，次のとおりとする。

(a) 中性エタノール　**JIS K 8102** に規定するエタノール (95) を 0.1mol/*l* 水酸化カリウムエタノール溶液でフェノールフタレインを指示薬として中和したもの。

(b) 0.1mol/*l* 水酸化カリウムニタノール溶液　**JIS K 8574** に規定する水酸化カリウム約 6.6g をポリエチレン瓶 1*l* に取り二酸化炭素を含まない水 20ml を加えて溶かし，これに **JIS K 8102** に規定するエタノール (95) を加えて 1*l* とし，よく振り混ぜる。

二酸化炭素を遮り数日間放置後上澄み液をポリエチレン瓶に取り，ソーダ石灰管を付けて保存する。ファクターは，次の方法によって求める。

0.1mol/*l* 塩酸 25ml に二酸化炭素を含まない水を加え 50ml とし，フェノールフタレイン溶液を指示薬として 0.1mol/*l* 水酸化カリウムエタノール溶液で滴定する。

$$F=\frac{f\times 25\,ml}{t}$$

ここに，　F：　0.1mol/*l* 水酸化カリウムエタノール溶液のファクター

t：　滴定に要した 0.1mol/*l* 水酸化カリウムエタノール溶液の量 (ml)

f：　0.1mol/*l* 塩酸のファクター

(c) チモールブルーアルコール溶液　**JIS K 8643** に規定するチモールブルー0.1g を **JIS K 8102** に規定するエタノール (95) 100ml に溶解したもの。

(d) フェノールフタレイン溶液　**JIS K 8799** に規定するフェノールフタレイン 1g を **JIS K 8102** に規定するエタノール (95) 100ml に溶解したもの。

(3) 装置　装置は，次のとおりとする。

(a) 電位差滴定装置　**JIS K 0113** に規定するもの。

(4) 操作　操作は，次のとおり行う。

(a) 試料　約 1g を 0.001g のけたまでビーカー100ml に量り取り，中性エタノール 50ml を加えて溶かす。

(b) 0.1mol/*l* 水酸化カリウムエタノール溶液で，**JIS K 0113** の **5.**に規定する電位差滴定方法によって滴定する。

(c) チモールブルー溶液を内部指示薬として滴定する場合は，試料約 2g を 0.002g のけたまで三角フラスコに量り取り，**(a)**と同様に溶解して 0.1mol/*l* 水酸化カリウムエタノール溶液で滴定を行う。

液が着色して終点が見にくい場合は同指示薬を外部指示薬として滴定を行う。指示薬を用いた場合は測定結果にその旨を付記する。

(5) 計算 酸価は，次の式によって算出する。

$$A=\frac{5.61\times V\times F}{S}$$

ここに，
A : 酸価
5.61 : 0.1mol/*l* 水酸化カリウムエタノール溶液 1ml 中に含まれる水酸化カリウムの質量 (mg)
V : 滴定に要した 0.1mol/*l* 水酸化カリウムエタノール溶液の量 (ml)
F : 0.1mol/*l* 水酸化カリウムエタノール溶液のファクター
S : 試料の質量 (g)

6.11 ひ素

(1) 要旨 ひ素は，試料を灰化し，水素化ひ素として吸収液に吸収発色させ，510nm 付近の波長で吸光度を測定し，標準液の吸光度と比較する。

(2) 試薬 試薬は，次のとおりとする。

(a) 塩酸 (1＋1) **JIS K 8180** に規定するひ素分析用を用いて調製したもの。

(b) 硝酸 **JIS K 8541** に規定するもの。

(c) よう化カリウム溶液 **JIS K 8913** に規定するよう化カリウム 20g 水に溶かして 100ml としたもの。

この溶液は使用時に調製する。

(d) 塩化すず (II) 溶液 **JIS K 8136** に規定する塩化すず (II) 二水和物 40g を **JIS K 8180** に規定する塩酸に溶かして 100ml とし，小粒のすず 2～3 個を加えて保存する。使用時に水で 10 倍に薄める。

(e) 酢酸鉛 (II) 溶液 **JIS K 8374** に規定する酢酸鉛 (II) 三水和物 11.7g を酢酸 1，2 滴加えた水に溶かし，水で 100ml としたもの。

(f) 亜鉛 **JIS K 8012** に規定するひ素分析用砂状亜鉛，で粒度 149～141μm のもの。

(g) N, N-ジエチルジチオカルバミド酸銀-クロロホルム溶液 **JIS K 9512** に規定する N, N-ジエチルジチオカルバミド酸銀 0.25g と **JIS K 8832** に規定するブルシン二水和物 0.1g とを **JIS K 8322** に規定するクロロホルムに溶かして 100ml としたもの。溶かしたとき，クロロホルムが揮散したときはクロロホルムを加えて 100ml とする。この溶液は使用時に調製する。

(h) ひ素標準液 (0.001mgAs/ml) **JIS K 8001** の **4.3(1)**による。

(i) 硝酸マグネシウム-エタノール溶液 **JIS K 8567** に規定する硝酸マグネシウム 2g を **JIS K 8101** に規定するエタノール (99.5) 100ml に溶かしたもの。

(j) メチルオレンジ溶液 **JIS K 8893** に規定するメチルオレンジ 0.1g を水 100ml に溶解したもの。

(k) アンモニア水 (2＋3) **JIS K 8085** に規定するアンモニア水 40ml に水を加えて 100ml としたもの。

(l) 希塩酸 **JIS K 8180** に規定する塩酸（ひ素分析用）23.6ml に水を加えて 100ml としたもの。

(m) 硝酸 (1＋1) **JIS K 8541** に規定する硝酸を用いて調製したもの。

(3) 装置及び器具 装置及び器具は，次のとおりとする。

(a) **水素化ひ素発生装置及び吸収管** 一例を**図 10** に示す。

(b) **分光光度計**

(c) **るつぼ** **JIS R 1301** に規定する B 形で容量 50ml のもの。

(d) **水浴** 90～100℃に調節できるもの。

(e) **電気炉** 500～600℃に調節できるもの。

(4) **操作** 操作は，次のとおり行う。

(a) **試料** 0.53g を磁製るつぼに量り取り，硝酸マグネシウム-エタノール溶液 10ml を加え，点火して燃焼させた後，徐々に加熱して灰化する。

(b) 炭化物が残るときは少量の硝酸 (1＋1) で潤し，再び強熱して灰化する。

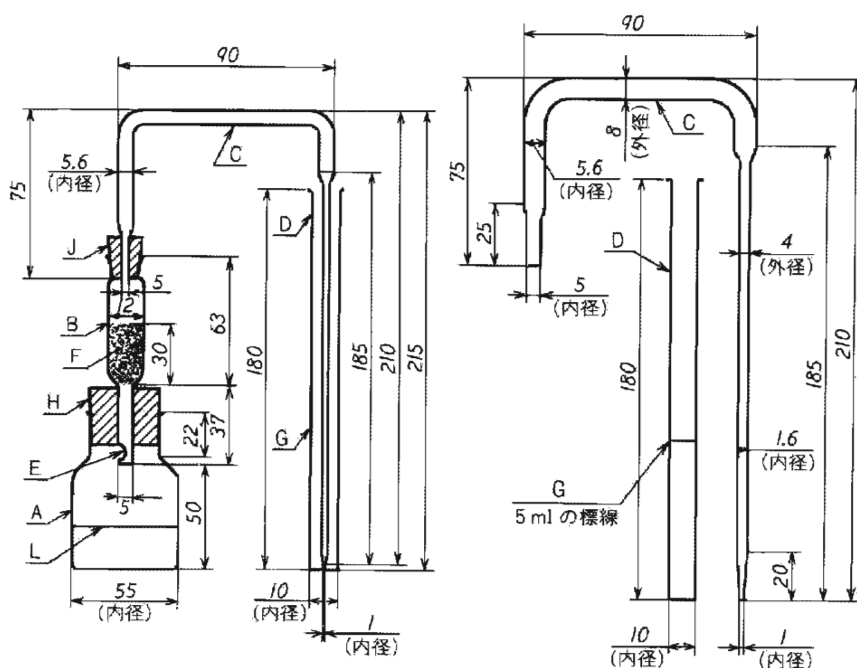
(c) 放冷後，残留物に塩酸 (1＋1) 3ml を加え水浴上で加温して溶かす。

(d) この溶液を発生瓶に移し，少量の水で洗い込む。

(e) メチルオレンジ溶液 1 滴を加え，アンモニア水 (2＋3) 又は希塩酸を用いて中和し，水を加えて 40ml とする。

(f) 以下の操作は，**JIS K 8001** の **5.19(3)** (N, N-ジエチルジチオカルバミド酸銀法) による。
ただし，ひ素標準液 (0.001mgAs/ml) は 2ml とする。

図 10 水素化ひ素発生装置及び吸収管の一例

単位 mm

A：発生瓶 (肩までの容量約107 ml)

B：排気管

C：ガラス管 (内径5.6 mm，吸収管に入れる部分は先端を内径1 mmに引き伸ばす。)

D：吸収管 (内径10 mm)

E：小孔

F：ガラス繊維 (約0.2 g)

G：5 mlの標線

H及びJ：ゴム栓

L：40 mlの標線

6.12　重金属

(1)　要旨　重金属は，試料中の，酸性で硫化ナトリウム溶液で呈色する金属性混在物で，その量を標準液の鉛の呈色と比較する。

(2)　試薬　試薬は，次のとおりとする。

(a)　硝酸　**JIS K 8541** に規定するもの。

(b)　硫酸　**JIS K 8951** に規定するもの。

(c)　塩酸　**JIS K 8180** に規定するもの。

(d)　フェノールフタレイン溶液　**6.10(2)(d)**による。

(e)　アンモニア水 (2＋3)　**JIS K 8355** に規定するアンモニア水 40ml に水を加えて 100ml としたもの。

(f)　希酢酸　**JIS K 8355** に規定する酢酸 6g に水を加えて 100ml としたもの。

(g)　鉛標準液 (0.01mgPb/ml)　**JIS K 8001** の **4.3(1)**（一般用）による。この標準液は使用時に調製する。

(h)　硫化ナトリウム溶液　**JIS K 8949** に規定する硫化ナトリウム 5g を水 10ml 及び **JIS K 8295** に規定するグリセリン 30ml の混液に溶かす。

この溶液は遮光した瓶に入れ 3 か月以内に用いる。

(3)　器具　器具は，次のとおりとする。

(a)　るつぼ　**JIS R 1301** に規定する B 形で容量 30ml のもの。

(b)　比色管　容量 50ml。

(c)　水浴　90～100℃に調節できるもの。

(d)　電気炉　500～600℃に調節できるもの。

(4)　操作　操作は，次のとおり行う。

(a)　試料　2.0g を磁製るつぼに量り取り，ゆるくふたをし，弱く加熱して炭化する。

(b)　冷却後，硝酸 2ml 及び硫酸 5 滴を加え白煙が生じなくなるまで加熱した後，電気炉を用いて 500～600℃で強熱し灰化する。

(c)　冷却後，塩酸 2ml を加えて水浴上で蒸発乾固し，乾固物を塩酸 3 滴で潤し，熱水 10ml を加えて 2 分間加温する。

(d)　フェノールフタレイン溶液 1 滴を加え，アンモニア水 (2＋3) を液が微赤色となるまで滴加し，希酢酸 2ml を加える。

(e)　必要に応じろ過し水 10ml で洗い，ろ液及び洗液を比色管に入れ，水を加えて 50ml とする。

(f)　別の磁製るつぼに硝酸 2ml，硫酸 5 滴及び塩酸 2ml を取り，水浴上で蒸発し，更に砂浴上で蒸発乾固し，乾固物を塩酸 3 滴で潤し，熱水 10ml を加えて 2 分間加温し，**(d)**の操作を行い鉛標準液 (0.01mgPb/ml) 2ml を加え，水で 50ml とする。

(g)　**(e)**及び**(f)**の比色管に硫化ナトリウム溶液 1 滴ずつを加えて混合し，5 分間放置後，両管を白地を背景として上方又は側方から透視して液の色を比較する。

(h)　試料溶液の呈する色は，**(f)**で得た溶液の呈する色より濃くないこと。

7.　検査　検査は **6.**によって試験し，**表 1** に適合しなければならない。

8.　包装　吸湿及び不純物の混入を防ぎ，輸送に適した包装であること。

参考　紙・ポリエチレン・ラミネートなど又はそれらを併用したものがある。

9. 表示 表示は，包装又は容器の見やすいところに，次の事項を表示しなければならない。

(1) 規格の名称

(2) 種類

(3) 正味質量

(4) 製造業者名又はその略号

(5) 製造年月又はその略

(6) 製造番号又はロット番号

備考 上記の表示事項中，製造番号と製造年月の併記表示をすることができる。この場合，次の例のとおり明らかに製造年月がわかる表示又はその略号であること。

例 製造番号（又はロット番号）：94.　10 - 10050 又は

H6.　10 - 10050

↓　↓　↓

製造年 月 製造番号

10. 注意事項

(1) セラックは温度が高いと固まりやすくなり，使用しにくくなることがあるので，貯蔵及び取扱いはできるだけ 25℃以下で行う。

(2) 固まった場合は，粉砕して使用する。

付表 1　引用規格

JIS B 0601 表面粗さ一定義及び表示

JIS B 7413 浸没線付ガラス製水銀棒状温度計

JIS H 6201 化学分析用白金るつぼ

JIS K 0050 化学分析方法通則

JIS K 0113 電位差・電流・電量・カールフィッシャー滴定方法通則

JIS K 8001 試薬試験方法通則

JIS K 8012 亜鉛（試薬）

JIS K 8085 アンモニア水（試薬）

JIS K 8101 エタノール (99.5) ［エチルアルコール (99.5)］（試薬）

JIS K 8102 エタノール (95) ［エチルアルコール (95)］（試薬）

JIS K 8136 塩化すず (II) 二水和物（試薬）

JIS K 8180 塩酸（試薬）

JIS K 8295 グリセリン（試薬）

JIS K 8322 クロロホルム（試薬）

JIS K 8355 酢酸（試薬）

JIS K 8374 酢酸鉛 (II) 三水和物（試薬）

JIS K 8529 臭素（試薬）

JIS K 8541 硝酸（試薬）

JIS K 8567 硝酸マグネシウム（試薬）

JIS K 8574 水酸化カリウム（試薬）

JIS K 8593　石油エーテル（試薬）
JIS K 8625　炭酸ナトリウム（試薬）
JIS K 8643　チモールブルー（試薬）
JIS K 8798　フェノール（試薬）
JIS K 8799　フェノールフタレイン（試薬）
JIS K 8832　ブルシン二水和物（試薬）
JIS K 8893　メチルオレンジ（試薬）
JIS K 8913　よう化カリウム（試薬）
JIS K 8949　硫化ナトリウム九水和物（試薬）
JIS K 8951　硫酸（試薬）
JIS K 9512　N, N-ジエチルジチオカルバミド酸銀（試薬）
JIS P 3801　ろ紙（化学分析用）
JIS R 1301　化学分析用磁器るつぼ
JIS R 1302　化学分析用磁器蒸発ざら
JIS R 3503　化学分析用ガラス器具
JIS Z 8801　標準ふるい

付表 2　対応国際規格

ISO 56/II　Shellac－Specification－Part II : Machine-made shellac

JIS K 5909　改正原案作成委員会　構成表

	氏名	所属
（委員長）	日　月　紋　次	電気絶縁材料工業会
（副委員長）	牛　尾　悟　司	東日本塗料株式会社
	中　島　郁　雄	通商産業省基礎産業局
	地　崎　　　修	工業技術院標準部繊維化学規格課
	渡　辺　義　生	通商産業省通商産業検査所
	高　木　　　博	財団法人化学品検査協会
	植　草　隆　志	大日本インキ化学工業株式会社
	土　屋　文　和	ニチバン株式会社
	尾　関　照　親	株式会社岐阜セラツク製造所
	塩　山　敬　三	日本シェラック工業株式会社
	植　木　　　正	興洋化学株式会社
（事務局）	小　川　脩　二	日本セラック協同組合